

# BEST AVAILABLE COPY

[First Hit](#)

[Previous Doc](#)

[Next Doc](#)

[Go to Doc#](#)



Generate Collection

Print

L4: Entry 3 of 6

File: JPAB

Jul 24, 2001

PUB-NO: JP02001200366A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2001200366 A

TITLE: METHOD FOR PRODUCING CRACK-FREE GALLIUM NITRIDE THICK FILM BY HYDRIDE VAPOR PHASE  
EPITAXIAL GROWTH METHOD

PUBN-DATE: July 24, 2001

## INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

RI, SEIKOKU

## ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

SAMSUNG ELECTRO MECH CO LTD

APPL-NO: JP2000398305

APPL-DATE: December 27, 2000

PRIORITY-DATA: 1999KR-9966029 (December 30, 1999)

INT-CL (IPC): C23 C 16/34; H01 L 21/205; H01 S 5/323

## ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing a crack-free gallium nitride thick film by a hydride vapor phase epitaxial growth method.

SOLUTION: A GaN intermediate layer relaxing stress generated between a sapphire substrate and a GaN thick film is first grown on the sapphire substrate, and successively, the GaN thick film is grown thereon to obtain a crack-free GaN thick film, and the substrate is separated therefrom, by which a GaN wafer is obtained. This GaN wafer has the dislocation density of 107/cm<sup>2</sup> or less which is lower than that of the existent GaN thin film, therefore not only remarkably improves the life and productivity of a GaN blue laser diode (blue LD), but also is used as the fundamental material of an electronic device in the high output and high temperature field. Moreover, this method has the advantage that the process of the loading of the sapphire substrate into a reactor, the growth of the GaN intermediate layer, the growth of the GaN thick film and the discharge of the GaN thick film from the reactor after the growth can continuously performed.

COPYRIGHT: (C)2001, JPO

[Previous Doc](#)

[Next Doc](#)

[Go to Doc#](#)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-200366

(P2001-200366A)

(43) 公開日 平成13年7月24日 (2001. 7. 24)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

ターコード\* (参考)

C 2 3 C 16/34

C 2 3 C 16/34

H 0 1 L 21/205

H 0 1 L 21/205

H 0 1 S 5/323

H 0 1 S 5/323

審査請求 未請求 請求項の数6 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2000-398305 (P2000-398305)

(22) 出願日 平成12年12月27日 (2000. 12. 27)

(31) 優先権主張番号 9 9 P 6 6 0 2 9

(32) 優先日 平成11年12月30日 (1999. 12. 30)

(33) 優先権主張国 韓国 (K R)

(71) 出願人 591003770

三星電機株式会社

大韓民国京畿道水原市八達區梅灘3洞314番地

(72) 発明者 李 成 國

大韓民国京畿道龍仁市器興邑農書里山14-1番地 三星総合技術院内

(74) 代理人 100072349

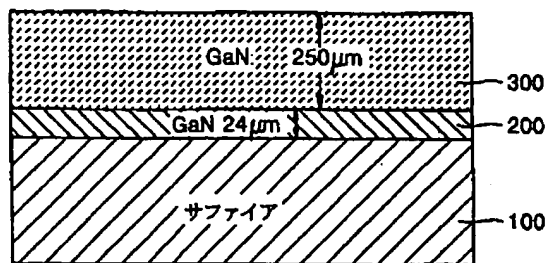
弁理士 八田 幹雄 (外4名)

(54) 【発明の名称】 ヒドリド気相エビタクシー成長法による無クラックガリウムナイトライド厚膜の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 ヒドリド気相エビタクシー成長法による無クラックガリウムナイトライド厚膜の製造方法を提供する。

【解決手段】 サファイア基板とGa<sub>2</sub>N厚膜との間で発生するストレスを和らげる中間層のGa<sub>2</sub>N中間層をサファイア基板上にまず成長させ、その上に続いてGa<sub>2</sub>N厚膜を成長させることによって無クラックGa<sub>2</sub>N厚膜が得られ、これより基板を分離してGa<sub>2</sub>Nウェーハを得る。このGa<sub>2</sub>Nウェーハは既存のGa<sub>2</sub>N薄膜に比べて転位密度が $10^7/\text{cm}^2$ 以下で低くてGa<sub>2</sub>N青色レーザーダイオード (blue LD) の寿命と製造生産性を大きく向上させられるだけでなく高出力、高温分野の電子素子の基本材料として使われる。またこの方法は、反応器内にサファイア基板の装着からGa<sub>2</sub>N中間層の成長、Ga<sub>2</sub>N厚膜の成長、成長後反応器からGa<sub>2</sub>N厚膜を取り出す工程が連続的になされる利点もある。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 サファイア基板を用いてGa<sub>2</sub>N厚膜を製造する際に、

前記サファイア基板上にストレスを和らげるための厚さ1乃至100 $\mu$ mのGa<sub>2</sub>N中間層を成長させる段階と、前記Ga<sub>2</sub>N中間層上にHVPE法でGa<sub>2</sub>N厚膜を成長させる段階とを含むことを特徴とするヒドリド気相エビタクシー成長法による無クラックGa<sub>2</sub>N厚膜の製造方法。

【請求項2】 前記Ga<sub>2</sub>N中間層を成長させる段階は、前記サファイア基板上に相対的に低成長速度で成長したGa<sub>2</sub>N層と相対的に高成長速度で成長したGa<sub>2</sub>N層を交互に複数個の層を積層させるサブ段階を含む変調Ga<sub>2</sub>N中間層の形成段階でなされることを特徴とする請求項1に記載のヒドリド気相エビタクシー成長法による無クラックGa<sub>2</sub>N厚膜の製造方法。

【請求項3】 前記低成長速度は5乃至40 $\mu$ m/hr、前記高成長速度は50乃至150 $\mu$ m/hrであることを特徴とする請求項2に記載のヒドリド気相エビタクシー成長法による無クラックGa<sub>2</sub>N厚膜の製造方法。

【請求項4】 前記Ga<sub>2</sub>N中間層を成長させる段階は、前記サファイア基板上に50乃至150 $\mu$ m/hrの速度で成長する欠陥Ga<sub>2</sub>N中間層の形成段階でなされることを特徴とする請求項1に記載のヒドリド気相エビタクシー成長法による無クラックGa<sub>2</sub>N厚膜の製造方法。

【請求項5】 前記サファイア基板の代りにSiCを含む酸化物基板あるいはカーバイド基板を使用することを特徴とする請求項1に記載のヒドリド気相エビタクシー成長法による無クラックGa<sub>2</sub>N厚膜の製造方法。

【請求項6】 前記サファイア基板上にGa<sub>2</sub>N中間層を形成する前に、NH<sub>3</sub>ガスとHClガスをを用いて前記サファイア基板の表面を処理することを特徴とする請求項1に記載のヒドリド気相エビタクシー成長法による無クラックGa<sub>2</sub>N厚膜の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はヒドリド(hydride)気相エビタクシー成長法による無クラックガリウムナイトライド厚膜の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】Ga<sub>2</sub>Nレーザーダイオード(LD)の出力を向上させ寿命を延ばすための主要技術としてはGa<sub>2</sub>N膜内の欠陥密度を減らすことであり、Ga<sub>2</sub>NLDの製造コストを削減し工程単純化のためにはフリースタANDING Ga<sub>2</sub>N膜、即ちGa<sub>2</sub>Nウェーハが必要である。

【0003】この2つの目的を達成するための近道がGa<sub>2</sub>N厚膜の製造である。Ga<sub>2</sub>N膜が厚くなるほど欠陥密度は減る。フリースタANDING Ga<sub>2</sub>N膜を得るためにはサファイア基板からGa<sub>2</sub>N膜を分離すべきで、このためにはGa<sub>2</sub>N厚膜が絶対的に必要だからである。Ga<sub>2</sub>N厚膜を得るための成長方法は成長速度が速いHVPE

(Hydride Vapor Phase Epitaxy)法や昇華法で制限される。従来のMOCVD(Metal Organic Chemical Vapor Deposition)法では高品質のGa<sub>2</sub>N薄膜は得られるが、数十または数百 $\mu$ mのGa<sub>2</sub>N厚膜を得るには成長速度が遅すぎる。

【0004】一方、Ga<sub>2</sub>Nウェーハの製造には多くの問題がある。その中でも一番問題になることがGa<sub>2</sub>N厚膜と基板で発生するクラックである。Ga<sub>2</sub>N膜が厚くなり直径が大きくなれば格子不整合と熱膨張係数差によるストレスでGa<sub>2</sub>N膜と基板にクラックが発生するが、サファイア基板上にGa<sub>2</sub>N膜を成長することのようなヘテロエビタクシー成長では根本的な問題と見なされる。このクラックは成長したGa<sub>2</sub>N膜の厚さが数 $\mu$ mの時は発生しない。数十、数百 $\mu$ mのGa<sub>2</sub>N厚膜だけで発生する問題である。

【0005】従来のHVPE法で2インチのサファイア基板上にGa<sub>2</sub>N厚膜を成長させる方法は、図1A及び図1Bに示したように2つが使われた。一つは図1Aに示したように、サファイア基板1上にGa<sub>2</sub>N薄膜2を成長させ、その上にSiO<sub>2</sub>マスク3を用いてELO(Epitaxial Lateral Overgrowth)法でGa<sub>2</sub>N厚膜4を成長させることであり、他の一つは図1Bに示したように、サファイア基板10上に直接Ga<sub>2</sub>N厚膜20を厚く成長させることである。しかし、これら方法でGa<sub>2</sub>N厚膜を成長させれば、大部分の場合にサファイア基板とGa<sub>2</sub>N膜との間で発生したストレスで基板と膜にクラックが発生した。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は前記のような問題点を解決するために創案したものであって、サファイア基板とGa<sub>2</sub>N厚膜との間に緩衝層として数 $\mu$ mから数十 $\mu$ mの厚さのGa<sub>2</sub>N中間層においてサファイア基板とGa<sub>2</sub>N厚膜との間に生じるストレスを吸収することによって、クラックが発生しないようにするヒドリド気相エビタクシー成長法による無クラックガリウムナイトライド厚膜の製造方法を提供することにその目的がある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】前記のような目的を達成するために本発明に係るヒドリド気相エビタクシー成長法による無クラックガリウムナイトライド厚膜の製造方法は、サファイア基板を用いてGa<sub>2</sub>N厚膜を製造することにおいて、前記サファイア基板上にストレスを和らげるための厚さ1乃至100 $\mu$ mのGa<sub>2</sub>N中間層を成長させる段階と、前記Ga<sub>2</sub>N中間層上にHVPE法でGa<sub>2</sub>N厚膜を成長させる段階とを含むことを特徴とする。

【0008】本発明において、前記Ga<sub>2</sub>N中間層を成長させる段階は、前記サファイア基板上に相対的に低成長速度で成長したGa<sub>2</sub>N層と相対的に高成長速度で成長したGa<sub>2</sub>N層を交互に複数個の層を積層させるサブ段階を含む変調Ga<sub>2</sub>N中間層の形成段階でなされたり、あるいは

は前記サファイア基板上に50乃至150 $\mu\text{m/hr}$ の速度で成長する欠陥Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>中間層の形成段階でなされることが望ましい。

【0009】また本発明において、前記サファイア基板の代りにSiCを含む酸化物基板あるいはカーバイド基板を使用する場合もある。

【0010】

【発明の実施の形態】以下、添付した図面を参照して本発明に係るヒドリド気相エビタクシー成長法による無クラックガリウムナイトライド厚膜の製造方法を詳細に説明する。

【0011】図2は、本発明に係るヒドリド気相エビタクシー成長法による無クラックガリウムナイトライド厚膜の製造方法で成長するGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜の成長工程を示す図面である。図示したように、本発明に係るヒドリド気相エビタクシー成長法による無クラックガリウムナイトライド厚膜の製造方法では、サファイア基板100とその上に成長するGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜300との間に生じるストレス問題を解決するためにサファイア基板100とGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜300との間にストレスを吸収できる緩衝層としてGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>よりなされた中間層200をおく。即ち、サファイア基板100上に緩衝層として1 $\mu\text{m}$ から100 $\mu\text{m}$ の厚さのGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>中間層200をHVPE法で成長させ、この上に連続的にGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜300を成長させる。

【0012】ここで、基板100としては、サファイア基板以外にもSiCを含む酸化物基板とカーバイド基板が使われる。

【0013】また、中間層200としては色々な形態があり、代表的な例としては図3Aに示したような変調Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層と図3Bに示したような欠陥Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層がある。

【0014】変調Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は、図3Aに示したように15乃至40 $\mu\text{m/hr}$ の低成長速度で成長したGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層200aと50乃至150 $\mu\text{m/hr}$ の高成長速度で成長したGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層200bが交互に成長してなされた層200より構成され、欠陥Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は図3Bに示したように高成長速度で成長したGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層だけでなされた層200である。

【0015】これら二つの中間層中でいずれを使用しても無クラックGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜を得られる。即ち、この中間層200上に250 $\mu\text{m}$ 以上の厚さを有するGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜を成長させれば、この中間層200が基板100から発生したストレスを和らげて無クラックの2インチGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜を得られる。

【0016】図4A及び図4Bでは、各々従来の方法で成長した有クラックGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜と本発明に係る成長方法で成長した無クラックGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜の平面形態を比較する。図示したように、図4Aの従来の方法で成長したGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜の表面には中間層を使用しなくてクラックが非常に多いが、図4Bの本発明に係る成長方法で成長したGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜の表面ではクラックを見られない。

【0017】そして図5A及び図5Bでは、各々従来の方法で成長した有クラックGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜と本発明に係る成長方法で成長した無クラックGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜の垂直断面とを比較する。図5Aの従来の方法で成長した有クラックGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜の垂直断面映像写真では中間層は見られないが、図5Bの本発明に係る成長方法で成長した無クラックGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜の垂直断面映像写真ではサファイア基板とGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜との間にGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>中間層が存在することを明らかに見られる。これら中間層が既存のMOCVDで使われた緩衝層と違う点は、先ずMOCVD緩衝層は厚さが数十nmであるのに対して、本発明で使われた中間層は数 $\mu\text{m}$ から数百 $\mu\text{m}$ でストレスを十分に和らげるという点である。

【0018】このような厚い中間層を用いたGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>成長方法を使用して250 $\mu\text{m}$ の厚さでGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜を成長させれば、図5Bに示したように無クラックGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜が製造される。

【0019】次いでこのHVPE Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜でレーザーリフトオフ法で基板を取り外せばGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ウェーハを得られる。このGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ウェーハはホモエビタクシー青色及びUVレーザーダイオード製造用基板として使われ、電子素子の基礎材料として使われることができる。

【0020】

【実施例】以上、説明したような方法でGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜(ウェーハ)を実際に製作して本実施例を詳細に説明する。

【0021】紹介される二つのGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜は常圧が維持される水平開放フロー反応器でHVPE法で成長した。Ga金属とアンモニアがアレカールとして使われ、運搬ガスとしては窒素を使用した。

【0022】(実施例1)成長前のサファイア基板を反応器内に装着しNH<sub>3</sub>ガスとHClガスで基板表面処理した後連続的に24 $\mu\text{m}$ 厚さの変調Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層を成長させ、引続き250 $\mu\text{m}$ 厚さのGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜を成長させた。変調Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は30 $\mu\text{m/hr}$ の低成長速度で3 $\mu\text{m}$ 厚さで成長したGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層と90 $\mu\text{m/hr}$ の高成長速度で3 $\mu\text{m}$ 成長したGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層が交互に積層されて総8層を成長させた。以後45 $\mu\text{m/hr}$ の成長速度でGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜を成長させた。成長が終わった後反応器内にあるGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜を1時間徐々に反応器外に取り出して無クラックGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜を得た。

【0023】(実施例2)実施例1と同じようにサファイア基板を反応器内に装着しNH<sub>3</sub>ガスとHClガスで基板表面処理を行った後連続的に24 $\mu\text{m}$ 厚さの欠陥Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層を成長させ、続いて250 $\mu\text{m}$ 厚さのGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜を成長させた。欠陥Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は成長速度90 $\mu\text{m/hr}$ で成長させ、Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜は45 $\mu\text{m/hr}$ で成長させた。成長が終わる反応器からGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>厚膜の除去は実施例1と同じ方法で行なわれた。

【0024】

【発明の効果】以上説明したように、本発明に係るヒド

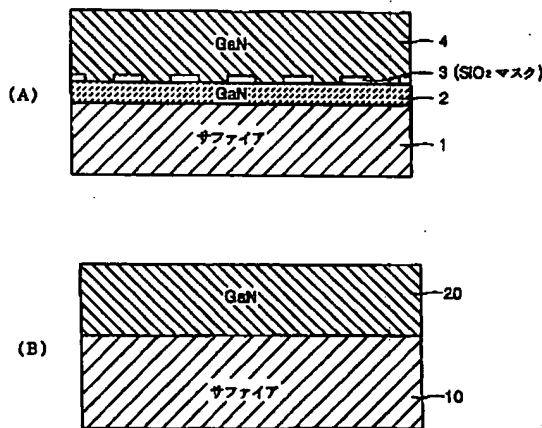
リド気相エビタクシー成長法による無クラックガリウムナイトライド厚膜の製造方法は、サファイア基板とGa<sub>N</sub>厚膜との間で発生するストレスを和らげる中間層のGa<sub>N</sub>中間層をサファイア基板上にまず成長させ、その上に続いてGa<sub>N</sub>厚膜を成長させることによって無クラックGa<sub>N</sub>厚膜が得られこれより基板を分離してGa<sub>N</sub>ウェーハを得る。このGa<sub>N</sub>ウェーハは既存のGa<sub>N</sub>薄膜に比べて転位密度が $10^7/\text{cm}^2$ 以下で低くてGa<sub>N</sub>青色レーザーダイオード (blue LD) の寿命と製造生産性を大きく向上させられるだけでなく高出力、高温分野の電子素子の基本材料として使われる。またこの方法は、反応器内にサファイア基板の装着からGa<sub>N</sub>中間層の成長、Ga<sub>N</sub>厚膜の成長、成長後反応器からGa<sub>N</sub>厚膜を取り出す工程が連続的になされる利点もある。

#### 【図面の簡単な説明】

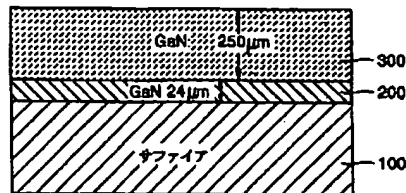
【図1】図1A及び図1Bは、各々従来のGa<sub>N</sub>厚膜の成長方法を説明するための図面であって、図1Aは、SiO<sub>2</sub>マスクを用いた側方成長 (ELO) 法を説明する図面であり、図1Bは、サファイア基板上に直接Ga<sub>N</sub>厚膜を成長させる方法を説明する図面である。

【図2】本発明に係るヒドリド気相エビタクシー成長法による無クラックガリウムナイトライド厚膜の製造方法で成長するGa<sub>N</sub>厚膜の成長工程を示す垂直断面図である。

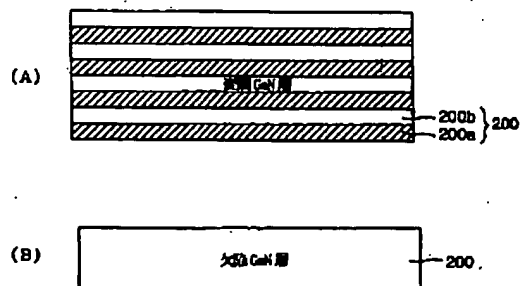
【図1】



【図2】



【図3】



【図3】図3A及び図3Bは、各々図2のGa<sub>N</sub>中間層の種類別実施例を示す垂直断面図であって、図3Aは、変調されたGa<sub>N</sub>層よりなされた中間層の垂直断面図であり、図3Bは、欠陥Ga<sub>N</sub>層よりなされた中間層の垂直断面図である。

【図4】図4A及び図4Bは、各々従来の方法で成長した有クラックGa<sub>N</sub>厚膜と、本発明に係る成長方法で成長した無クラックGa<sub>N</sub>厚膜の平面形態を比較した映像写真であって、図4Aは、従来の方法で成長した有クラックGa<sub>N</sub>厚膜の平面映像写真であり、図4Bは、本発明に係る成長方法で成長した無クラックGa<sub>N</sub>厚膜の平面映像写真である。

【図5】図5A及び図5Bは、各々従来の方法で成長した有クラックGa<sub>N</sub>厚膜と、本発明に係る成長方法で成長した無クラックGa<sub>N</sub>厚膜の垂直断面形態を比較するために撮った垂直断面映像写真であって、図5Aは、従来の方法で成長した有クラックGa<sub>N</sub>厚膜の垂直断面映像写真であり、図5Bは、本発明に係る成長方法で成長した無クラックGa<sub>N</sub>厚膜の垂直断面映像写真である。

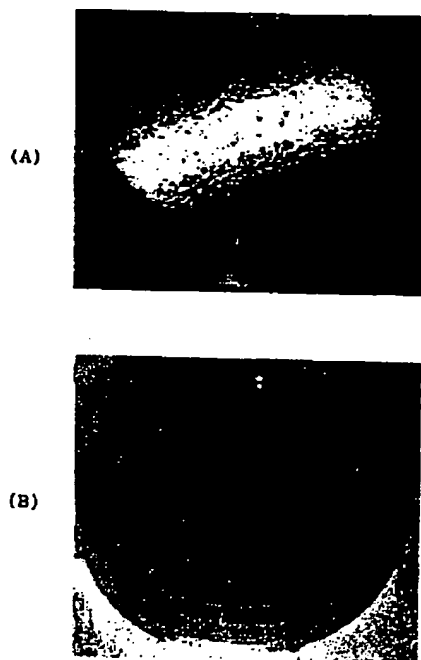
#### 【符号の説明】

100…サファイア基板

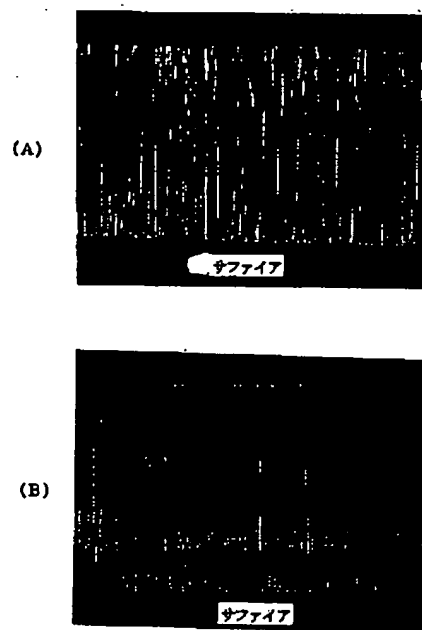
200…中間層

300…Ga<sub>N</sub>厚膜

【図4】



【図5】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**